



①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 41 18 501 A 1**

⑤1 Int. Cl. 5:
G 01 N 30/60
F 15 D 1/10

②1 Aktenzeichen: P 41 18 501.3
②2 Anmeldetag: 3. 6. 91
④3 Offenlegungstag: 10. 12. 92

DE 41 18 501 A 1

⑦1 Anmelder:
Säulentechnik Dr.-Ing. Herbert Knauer GmbH, 1000
Berlin, DE

⑦4 Vertreter:
Lüke, D., Dipl.-Ing., Pat.-Anw., 1000 Berlin

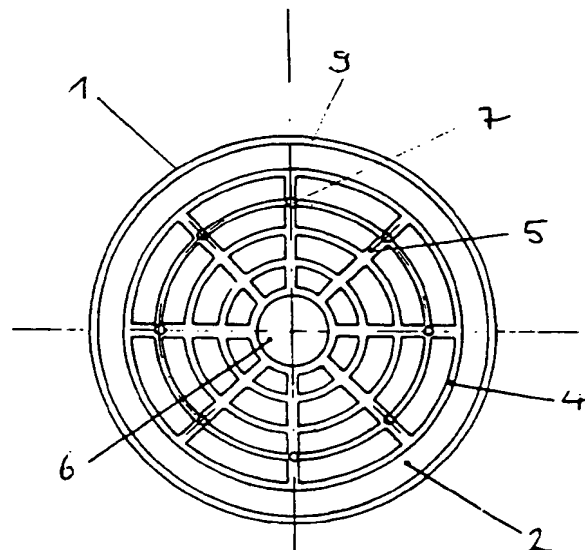
⑦2 Erfinder:
Schuhmascher, Wolfgang; Reusch, Joachim,
Dipl.-Chem. Dr.; Kaleja, Michael, Dipl.-Ing. (FH),
1000 Berlin, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤4 Probenverteiler

⑤7 Die Erfindung bezieht sich auf einen Probenverteiler zur Querverteilung von axial einzuführenden flüssigen Proben auf die Oberfläche von Trennmedien. Insbesondere finden diese Probenverteiler ihre Anwendung in der Flüssigkeitschromatographie mittels Trennsäulen oder polymeren bzw. keramischen Membranen. Bekannte Probenverteiler sind Siebe, Totvolumina oder Kanalanordnungen, die die Flüssigkeit in einer Ebene verteilen.

Der erfindungsgemäße Probenverteiler ist als Verteilerplatte 1 ausgebildet, deren Oberseitenmitte die Funktion einer Prallplatte 6 hat und auf deren Oberseite 2 mittels eines gravierten Kanalsystems 4, 5 eine Vorverteilung der Probenflüssigkeit vorgenommen wird. Die Oberseite 2 ist mit der Unterseite 3 der Verteilerplatte 1 durch über die Fläche verteilte dünne Bohrungen 7 verbunden. Ein zweites graviertes Kanalsystem 8 auf der Unterseite 3 der Verteilerplatte 1 bewirkt die endgültige Verteilung der Probenflüssigkeit. Durch die Anordnung der Flüssigkeitsverteilung in zwei Ebenen wird eine optimale Querverteilung über die gesamte Oberfläche des Trennmediums erreicht, so daß auch bei hohen Strömungsgeschwindigkeiten im Einlaßkanal die Ausnutzung der Trennmedien ohne Kapazitätsverlust möglich ist.



DE 41 18 501 A 1

Die Erfindung bezieht sich auf einen Probenverteiler zur Verteilung axial einzuführender flüssiger Proben auf die einlaßseitige Oberfläche eines Trennmediums. Derartige Probenverteiler finden ihre Anwendung in der Flüssigkeitschromatographie mit gepackten Trennsäulen oder polymeren Membranen.

In der Flüssigkeitschromatographie mit gepackten Trennsäulen trifft eine, im allgemeinen unter hohem Druck stehende Flüssigkeit auf die Eintrittsoberfläche der Trennsäule, wobei die Trennsäulenoberfläche wesentlich größer als der Strahlquerschnitt der Flüssigkeit ist. Es ist daher notwendig, die eingeführte Probe möglichst gleichmäßig über die Oberfläche zu verteilen, um die in der Probe enthaltenen Bestandteile wirksam trennen zu können. Eine gleichgelagerte Problematik entsteht, wenn anstatt der gepackten Trennsäulen polymere Membranen verwendet werden.

Um eine in ein Trennsystem in axialer Richtung einzuführende Probe quer zu verteilen, sind mehrere Möglichkeiten bekannt. Um eine Gleichverteilung zu erreichen, werden als Verteilerplatten Filter, Fritten oder Siebe der Einlaßoberfläche der Trennsäule vorgeschaltet. Man kann der Probe ein ausreichend großes Volumen, auch als Totvolumen bezeichnet, zur Verfügung stellen oder man kann die Probe radial einführen, was wiederum ein ausreichend großes Totvolumen voraussetzt und zusätzlich einen nicht mit der Eluentenzuführung identischen Zugang erfordert.

Ein weitere Trennsäule ist in der US-PS 47 97 207 beschrieben. Die unter hohem Druck stehende Probenflüssigkeit wird über Kanäle auf die Oberfläche einer porösen Sinterplatte verteilt, die gleichzeitig den Abschluß der Trennsäule bildet. Die Kanäle sind durch eine radiale Anordnung von Nuten auf der Unterseite eines Abschlußelementes gebildet. Die axial eintretende Probenflüssigkeit wird mittels der Kanäle auf der nachfolgenden Sinterplatte verteilt, die wiederum die Feinverteilung der Flüssigkeit auf der Trennsäulenoberfläche vornimmt.

Als nachteilig bei den aufgezählten Möglichkeiten der Probenquerverteilung ist anzusehen, daß die vorhandenen großen Totvolumina Anlaß zu asymmetrischen Elutionsprofilen geben. Es wird folglich die Trennschärfe der Säule vermindert. Bei den axial eingespülten Proben ohne Verteilkanäle tritt die Probe mittig durch die Verteilerplatte hindurch und dringt einige Millimeter tief in das Säulenbett ein, bevor überhaupt eine meist kegelförmig ausgebildete Querverteilung einsetzt. Dies bewirkt ebenso eine Herabsetzung der Säulentrennschärfe, die insbesondere bei großer Strömungsgeschwindigkeit durch die größer werdende Eindringtiefe immer weiter abnimmt. Naturgemäß verstärken sich sowohl die Trennschärfeverminderung wie auch der Kapazitätsverlust mit zunehmender Verkürzung des eingesetzten Trennkörpers und mit steigender Strömungsgeschwindigkeit des Elutionsmittels.

Der Erfindung liegt von daher die Aufgabe zugrunde, einen Probenverteiler zu entwickeln, der eine optimale Querverteilung über eine Oberfläche bewirkt und der auch bei der Anwendung hoher Strömungsgeschwindigkeiten die Ausnutzung der Trennmedien ohne Kapazitätsverlust erlaubt, so daß eine maximale Trennschärfe der Trennsäule oder Membran erreicht wird.

Die Lösung dieser Aufgabe ergibt sich aus den kennzeichnenden Merkmalen des Anspruchs 1.

Der Probenverteiler ist als eine Verteilerplatte aus

einem chemisch inerten Material ausgebildet, die keinen mittigen Durchlaß aufweist, so daß die von der Probenflüssigkeit angeströmte Mitte der Oberseite der Verteilerplatte die Aufgabe einer Prallplatte erfüllt. Die Verteilerplatte enthält sowohl auf der Oberseite als auch auf der Unterseite ein System von eingravierten Kanälen, die durch Bohrungen geringeren Durchmessers, die über die Fläche der Verteilerplatte verteilt sind, miteinander verbunden sind. Die i.a. unter hohem Druck stehende Probenflüssigkeit trifft auf die als Prallplatte ausgebildete Mitte der Oberseite und wird durch das erste Kanalsystem in der ersten Ebene vorverteilt. Durch die Bohrungen tritt die Flüssigkeit zur Unterseite durch und wird dort durch das zweite Kanalsystem in der zweiten Ebene feinverteilt. Dadurch, daß die Flüssigkeitsverteilung in zwei Ebenen stattfindet, wird eine besonders gleichmäßige und damit optimale Querverteilung der Flüssigkeit über die Oberfläche des Trennmediums erreicht.

Als besonders vorteilhaft wird weiterhin herausgestellt, daß das zur Verteilung benötigte Totvolumen sehr gering ist.

Dieses Totvolumen wird ausschließlich bedingt durch die Tiefe der Kanäle und das Volumen der Bohrungen. Durch die optimale Querverteilung wird schon die unmittelbar an die Verteilerplatte angrenzende Oberfläche des Trennmediums ausgenutzt. Wegen der fehlenden mittigen Durchtrittsöffnung (Prallplatteneffekt) können trotz hoher Strömungsgeschwindigkeiten auch in kurzen Trennkörpern optimale Querverteilungen und somit optimale Trennschärfen bewirkt werden. Dies kann nur erzielt werden, wenn die beschriebene Verteilung auf zwei Ebenen erfolgt. Bei einer Verteilungsebene kann allenfalls bei Verhindern des mittigen Durchtrittes ein negatives Kegelprofil erreicht werden.

Die erfindungsgemäßen Probenverteiler können in allen chromatographischen Trennsäulen verschiedenster Durchmesser eingesetzt werden, wobei die Anwendung von einer analytischen bis zu einer prozeßchromatographischen Trennung reicht. Sie finden weiter Anwendung bei allen Verteilungsaufgaben von Flüssigkeiten, wobei die Verteilung durch Membranen aus polymeren, keramischen oder anderen Werkstoffen erfolgt. Unter Membranen sind hier auch Scheiben, Platten oder Folien zu verstehen, die ebenso zur Trennung eingesetzt werden. Die Wirkungsweise dieser Membranen oder Platten muß nur eine unmittelbare Querverteilung der zu analysierenden Probe über die gesamte Oberfläche verlangen. Die erfindungsgemäßen Probenverteiler bewirken überdies eine optimale Ausnutzung der Kapazität des Trennmittels.

Weitere vorteilhafte Ausgestaltungen der Erfindung ergeben sich aus den Unteransprüchen.

Die Erfindung ist nachfolgend anhand einer bevorzugten Ausgestaltung des Probenverters in Form einer Verteilerplatte näher beschrieben. Es zeigen:

Fig. 1a die Oberseite der Verteilerplatte,

Fig. 1b einen Querschnitt der Verteilerplatte,

Fig. 1c die Unterseite der Verteilerplatte,

Fig. 2 einen Schnitt durch eine chromatographischen Trennsäule mit zwei eingesetzten Verteilerplatten und

Fig. 3 einen Schnitt durch eine Membran-Trennstufe mit zwei eingesetzten Verteilerplatten.

Die Oberseite 2 der Verteilerplatte 1 gemäß Fig. 1a enthält eine Vielzahl von konzentrischen Kanälen 4, die mit radialen Kanälen 5 ein gemeinsames Kanalsystem bilden. Die Mitte der Verteilerplatte 1 ist als Prallplatte 6 ausgebildet, enthält also keine Bohrungen. Eine Viel-

zahl von Bohrungen 7 verbinden die Oberseite 2 mit der Unterseite 3 der Verteilerplatte 1.

Die in Fig 1b dargestellte Unterseite 3 der Verteilerplatte 1 ist von radialen Kanälen 8 durchzogen, die in der Mitte der Platte beginnen und in den Bohrungen 7 enden. Der Abstand der Bohrungen zur Mitte der Verteilerplatte beträgt ca. 2/3 des Radius. Ebenso wie auf der Oberseite 2 laufen die radialen Kanäle 8 der Unterseite 3 mittig zusammen. Die äußeren Ränder sowohl der Oberseite 2 als auch der Unterseite 3 der Verteilerplatte 1 sind als Dichtungsfläche 9 ausgebildet.

Der Querschnitt durch die Verteilerplatte 1 gemäß Fig. 1c mit der Oberseite 2 und der Unterseite 3 zeigt die radialen Nuten 5, 8 und die diese verbindenden dünnen Bohrungen 7. Die Verteilerplatte ist aus einem chemisch inerten Material gefertigt, wobei die Plattendicke möglichst klein gewählt wird.

Fig. 2 zeigt den Einsatz von zwei Verteilerplatten 1, 1' gemäß Fig. 1 in einer Trennsäule 20 für die Flüssigkeitschromatographie. Die Trennsäule 20 umfaßt ein Trennsäulenrohr 21, in dem sich das Trennsäulenbett 22 befindet. Die Trennsäule 20 ist durch ein einlaßseitiges Abschlußelement 24 und ein auslaßseitiges Abschlußelement 26 abgeschlossen. Die Abschlußelemente 24 und 26 sind mittig von einer Einlaßkapillare 27 bzw. einer Auslaßkapillare 28 durchzogen. Eine Verteilerplatte 1 befindet sich vor der einlaßseitigen Oberfläche des Trennsäulenbettes 22 und wird mittig mit der Einlaßkapillare 27 angeströmt. Auslaßseitig schließt eine weitere Verteilerplatte 1' das Säulenbett 22 gegen das Abschlußelement 26 ab. In dieser Position wirkt die Verteilerplatte 1' revers, d. h. die breit austretende Front wird in optimal dünner Schichtdicke gesammelt, um sie — unvermischt mit der nachfolgenden Front einer zweiten eluierten Komponente der Probe — der Ausgangskapillare 28 zuzuführen, welche die Verbindung zum Detektionssystem bewirkt. Dichtungen 29 und 30 dichten die Verteilerplatten 1 und 1' mit den jeweiligen Dichtflächen gegen das Trennsäulenrohr 21 ab.

In Fig. 3 ist eine Membran-Trennstufe 40 dargestellt, bei der die Flüssigkeit auf die Oberfläche einer trennenden Membran 45 verteilt wird. Die Membran-Trennstufe 40 besteht aus einem Eingangselement 41, welches mittig von einer Einlaßkapillaren 42 durchzogen ist. Das Eingangselement 41 hat eine zylindrische Form und greift in ein Ausgangselement 47 mit U-förmigem Querschnitt derart ein, daß zwischen den Elementen 41, 47 ein Stapel, bestehend aus einer einlaßseitigen Verteilerplatte 1, der Membran 45 und einer auslaßseitigen Verteilerplatte 1', eingespannt ist. Die auslaßseitige Verteilerplatte 1' der Membran-Trennstufe führt die austretende, in ihre Komponenten getrennte Probenflüssigkeit in optimaler Weise der Auslaßkapillaren 48 zu. Die Verteilerplatten 1 und 1' sind mittels jeweiliger Dichtungen 44 abgedichtet.

Bezugszeichenliste

- 1, 1' Verteilerplatte
- 2 Oberseite der Verteilerplatte
- 3 Unterseite der Verteilerplatte
- 4 Kanal auf der Oberseite
- 5 Kanal auf der Unterseite
- 6 Prallplatte
- 7 Bohrung
- 8 Kanal auf der Unterseite
- 9 Dichtungsfläche
- 20 Trennsäule

- 21 Trennsäulenrohr
- 22 Trennsäulenbett
- 24 Abschlußelement
- 26 Abschlußelement
- 27 Einlaßkapillare
- 28 Auslaßkapillare
- 29 Dichtung
- 30 Dichtung
- 40 Membran-Trennstufe
- 41 Eingangselement
- 42 Einlaßkapillare
- 44 Dichtung
- 45 Membran
- 47 Ausgangselement
- 48 Auslaßkapillare

Patentansprüche

1. Probenverteiler zur Querverteilung von axial einzuführenden flüssigen Proben auf die Oberfläche von Trennmedien, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Probenverteiler als eine Verteilerplatte (1) ausgebildet ist, deren Mitte als Prallplatte (6) wirkt und deren Ober- und Unterseite (2, 3) mit Kanälen (4, 5, 8, 9) versehen sind, die durch über die Fläche verteilte Bohrungen (7) miteinander verbunden sind.
2. Probenverteiler nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Verteilerplatte (1) eine zylindrische Form geringer Dicke aufweist.
3. Probenverteiler nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Kanäle (4, 5, 8) und die Bohrungen (7) ein möglichst geringes Volumen aufweisen.
4. Probenverteiler nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß auf der Oberseite (2) der Verteilerplatte (1) ein Kanalsystem aus konzentrischen Ringkanälen (4) gebildet ist, die durch radiale Kanäle (5) verbunden sind.
5. Probenverteiler nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Unterseite (3) mit radialen Kanälen (8) versehen ist, in die die Bohrungen (7) münden und die in der Mitte zusammenlaufen.
6. Probenverteiler nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Verteilerplatte (1) auf jeder Seite eine äußere Dichtungsfläche (9) aufweist.

Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen

Fig 1a

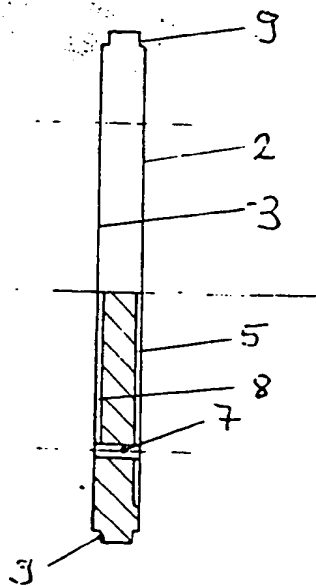
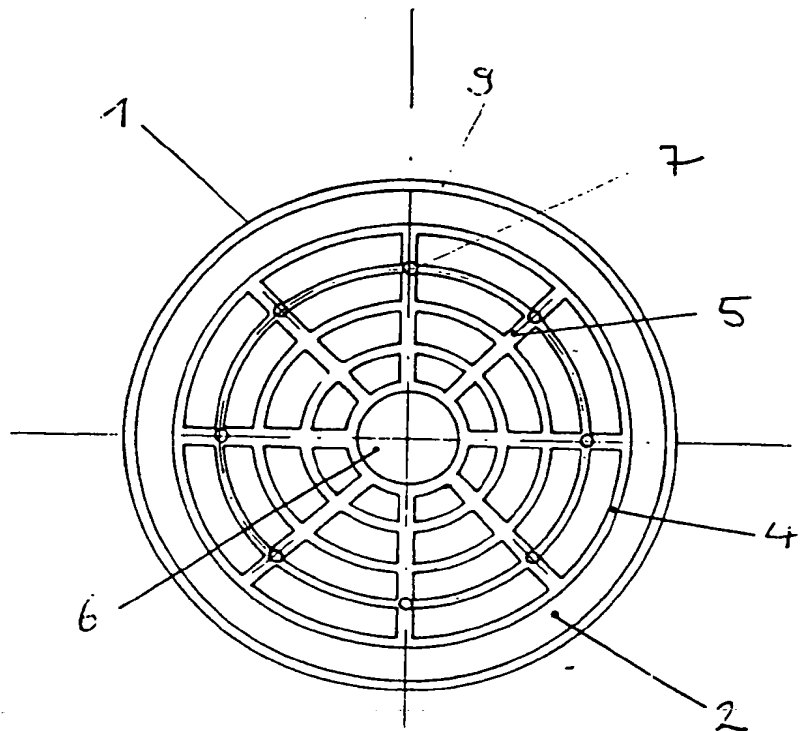


Fig 1c

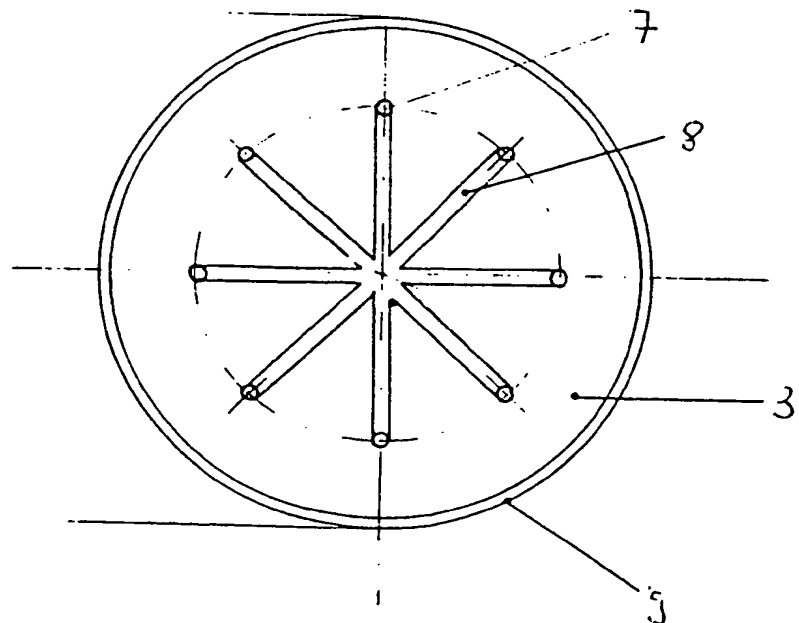


Fig 1b

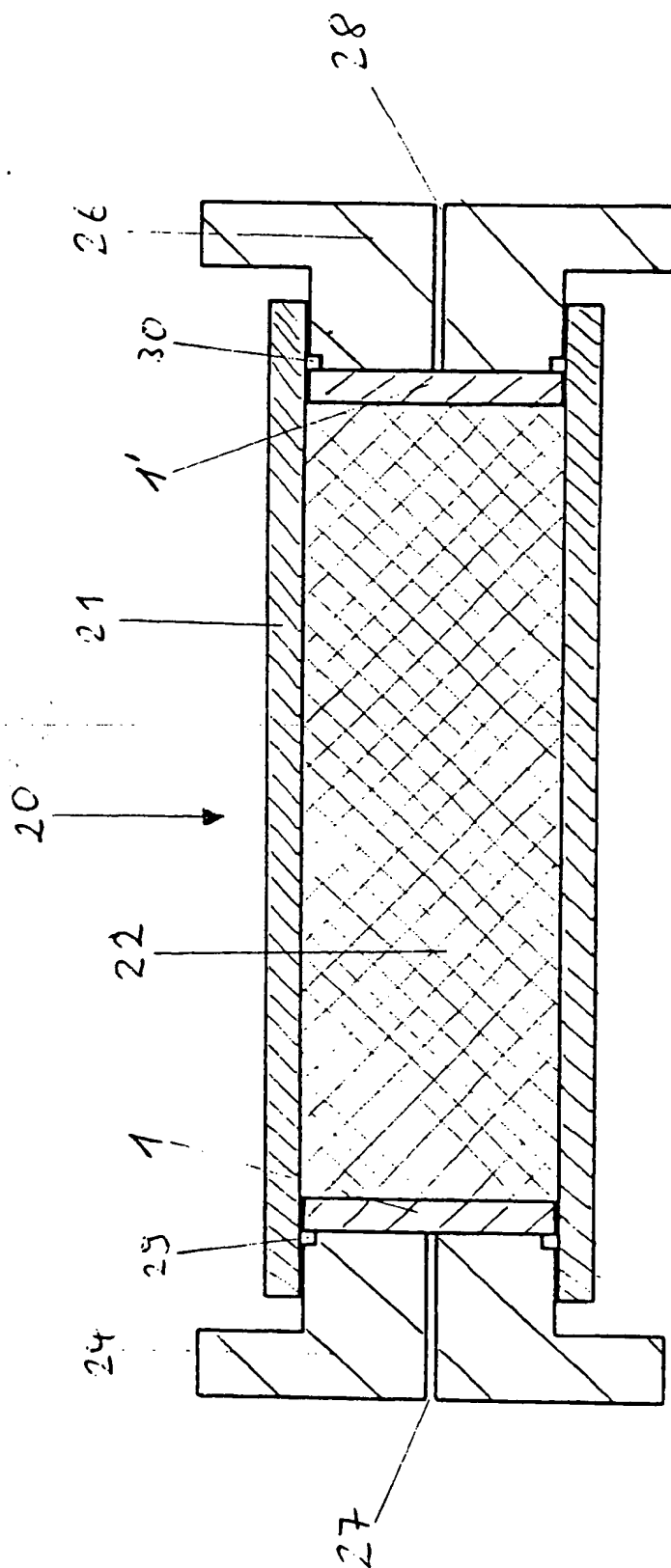


Fig. 2

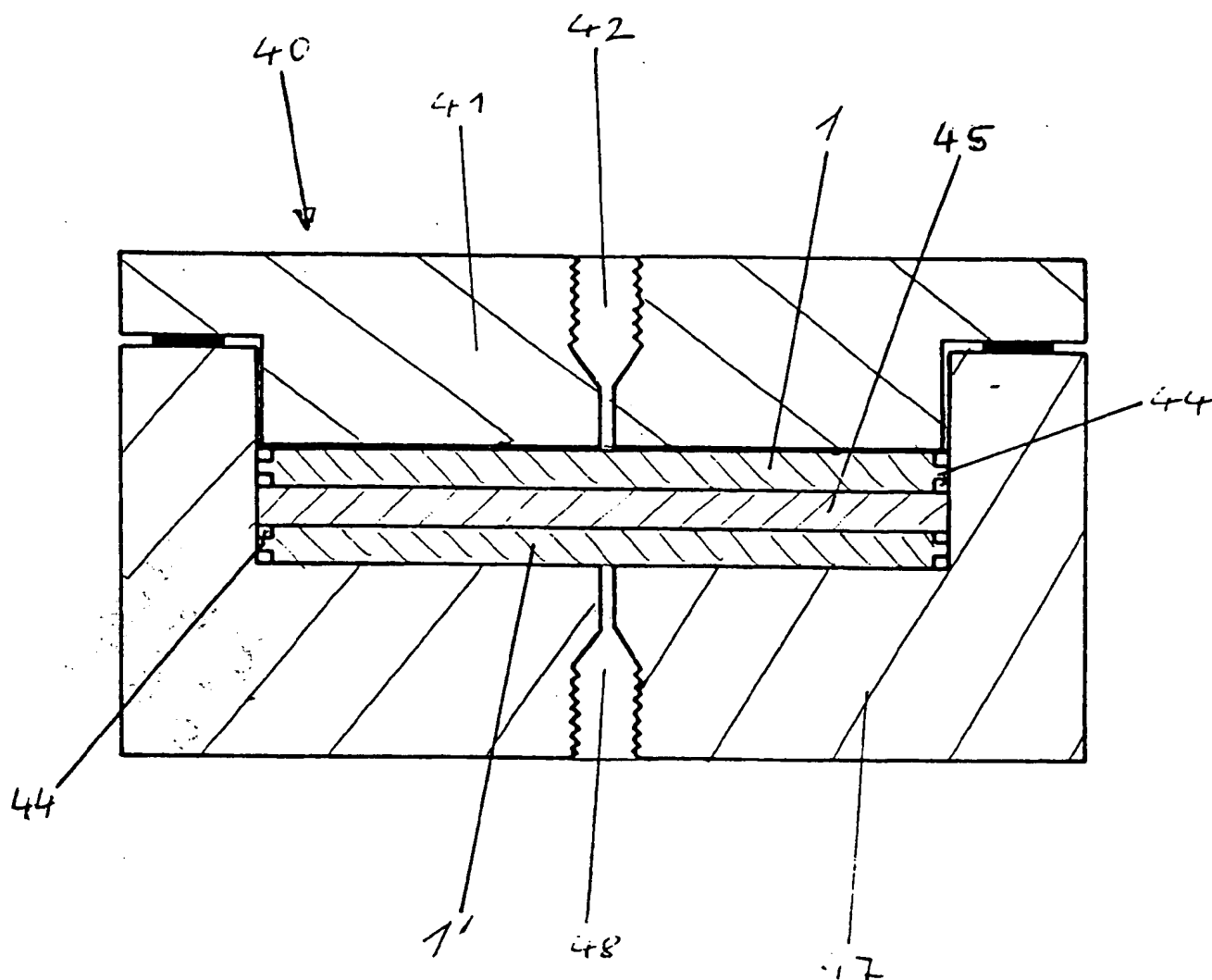


Fig 3